

1/3,DS,BA/2
DIALOG(R)File 352:DERWENT WPI
(c) 2000 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

003998012

WPI Acc No: 1984-143554/198423

XRAM Acc No: C84-060760

Powdered cellulose prodn. - by drying pulp to specified water content,
cooling and crushing whilst cold

Patent Assignee: KOHJIN CO LTD (KOJK)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 59075901	A	19840428	JP 82185930	A	19821025	198423 B

Priority Applications (No Type Date): JP 82185930 A 19821025

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan	Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 59075901	A		4		

Abstract (Basic): JP 59075901 A

The prod. is usable. The pulp is dried until its water content is 1.0% or less. While holding the pulp at a water content of 1.0% or less, it is cooled to 0-30 deg.C and crushed into the powder within 10-30 deg.C. Pulp extruded at a pH 2-5 is used as raw material. On cooling the pulp, it may be roughly crushed and packed in packs.

The prod. is used as food additives, industrial additives, etc.

0/0

?

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59-75901

⑪ Int. Cl.¹
C 08 B 1/00

識別記号

庁内整理番号
7133-4C

⑬ 公開 昭和59年(1984)4月28日

発明の教 1
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ パルプの低温微粉砕法

富山県中新川郡上市町若杉13

⑮ 特 願 昭57-185930

⑯ 発 明 者 開田札子

⑰ 出 願 昭57(1982)10月25日

富山市下新北町3区2-80

⑱ 発 明 者 青木重男

⑲ 出 願 人 株式会社興人

東京都港区新橋一丁目1番1号

明 細 書

1. 発明の名称

パルプの低温微粉砕法

2. 特許請求の範囲

1 水分1.0%以下に乾燥したパルプを水分1.0%以下に維持しつつ約0℃～-80℃に冷却し、約10℃～-80℃の範囲で粉砕することを特徴とするパルプの低温微粉砕法。

2 抽出pH2～5のパルプを原材料に用いることを特徴とする特許請求範囲第1項のパルプの低温微粉砕法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はパルプを微粉砕して製造するセルロース粉末の製造方法に関するものである。

パルプの微粉砕法については、各種あるがたとえばどのような市販の粉砕機を選定したとしても、単にそのまま粉砕しただけでは、セルロース繊維は容易に結化してしまい、効率的に微粉砕化物を得ることはむずかしい現状である。そのため現在

採用されている方法は、パルプが微粉砕化されやすいようにあらかじめ前処理した微粉砕にかけるのが普通である。その方法としては、①ウェット状態でパルプを薬品処理して酸加水分解した微乾燥したものを用いる方法、②熱乾燥して角質化したものを用いる方法、③圧縮ロールでパルプを成形角質化したものを用いる方法、④液体窒素を使用してパルプを脆化温度以下で凍結させ冷凍粉砕する方法、等がある。この方法の中で最も理想的なのは本発明に係る④の冷凍粉砕法であり、この方法で製造された微粉砕物は出発パルプの強靱な性質をそのまま保持している点で極めて優れており、例えばパルプ粘度で代表される重合度は②の酸加水分解法と相違し低下は殆ど見られず、又あっても僅かであるし、又他の物質との反応性を示す銅価も冷凍粉砕品は値が低く、耐変色性も非常に少なく安定である。加えて経済性のポイントとなる収率も酸加水分解法であるとかかなりの収率低下が当然であるのに対し、殆ど見られない点で非常に有利な方法である。

しかし本発明に係るこの冷凍粉砕法に關し、その実用化で最も問題となるのは粉砕コストである。このコスト高の理由は、冷凍源として高価な液体窒素を使用しているためと、その消費量が多いためである。本発明者等はこの冷凍粉砕について低コストを達成するために研究した結果、冷凍粉砕に好適な温度 -10°C 〜 -50°C よりかなり高い温度約 10°C 〜 -80°C で微粉砕可能な低温粉砕法を見出し本発明を完成したものである。本発明によって従来液体窒素を使用していた冷凍粉砕に代わって、液体窒素を使用することなく、一般電気冷凍設備に使用しているフロン冷却で十分可能となり低コストが可能となったものである。

本発明が可能となった理由は次のとおり推定される。これまでの冷凍粉砕における常識では、水の存在はけっしてマイナス要因となることはなく、むしろ水は粉砕性の良い水となって凍結してしまうため、水を追加することさえ行われていた。確かに液体窒素の消費量を減らすことができればそれなりの効果をあげてきたのであるが、コスト

(8)

本発明のバルブの乾燥方法は限定されず、熱乾燥、冷凍真空乾燥などの方でもよい。

脱水による効果は、バルブシートの高密硬化だけでなく、バルブシートが柔軟性を失って硬くなると同時に水を失ったセルロース繊維は熱可塑性の性質が非常に強くなってくると考えられる。つまり温度依存性が非常に大きいために例えば加熱乾燥後では高温のため軟かいが冷却すると著しく硬くなり粉砕しやすくなる。

但し水分が加わると柔らかくなるので乾燥後硬度をさせずに冷却する必要がある。乾燥は水分1%以下、冷却は約 0°C 〜 -80°C にすると粉砕効果が著しく向上する。

乾燥条件は例えば熱乾燥による場合熱分解酸化分解をさせては白色度低下その製品質上の問題を生ずるのでその手前まで、脱水・水素結合の切断という程度に留めるべきである。この脱水を著しく効果的にし粉砕効果を更に上げる条件としてバルブを抽出時2〜5の範囲のものを採用するのがよい。その理由は何らかの乾燥促進作用によるも

(9)

的に考えた場合、この水のためにかえって余分な液体窒素が必要となり、又粉砕温度もかなり低い冷却温度で粉砕しなければならないことが判った。すなわち本発明のポイントであるバルブ冷却温度約 0°C 〜 -80°C では水分が多いものは微粉化が殆ど困難になってしまうのである。この水分の作用についてさらに詳しく述べると、 0°C 〜 -80°C 程度の比較的高温の冷凍では粉砕機内での微しい衝撃による圧力によって、バルブ内にあった水が氷化してしまいセルロース繊維に再び柔軟性を与えてしまい、又余分な氷粉砕の解凍発熱を起すために余分なエネルギーを消費してしまうためである。すなわち水が粉砕性を悪くしていたのである。

これらの問題を解決するためにはバルブ水分を取り除くことが必要であり、又脱脂したバルブを乾燥させることなく約 0°C 〜 -80°C に冷却した後粉砕する必要がある。しかしこの場合冷却によって凍結させるものがないので本発明では低温粉砕という名称を使った。

(10)

のと推定される。

バルブの材質は選ばないが、広葉樹の短繊維が繊維が粉砕に適した形状大きさであって好ましい。バルブ化の方法は化学バルブであれば何でもよい。

更に粉砕機の温度は冷却したバルブの温度が上らないようにする必要があるが 10°C 程度以下であれば本発明の粉砕の効用に悪影響を及ぼさない。

本発明の方法によると緩和な条件で工業的に有利に、セルロースの分解劣化を生ずることなく所望の程度の微粉バルブを製造することができる。その例を実施例に示す。本発明による微粉バルブは食品あるいは他の工業用添加剤として極めて有用である。

次に実施例によって本発明を説明する。

実施例 1

市販したDPバルブシートを厚 $1\text{cm} \times 1\text{cm}$ 程度に粗砕した後、 10°C で20時間熱風乾燥機中で乾燥を行ったのちすぐにビニール袋に入れ密封し、 -15°C の冷凍庫に入れ冷却した。この乾燥

(11)

冷却したバルブを1個87採取し、家庭用ミキサーを -15°C の箱内に置いて8分間粉砕し、粒度分布を個別試験により求めた。この結果を表1に示すが同時に比較例として所定の温度や水分で実施した比較例1, 2, 3を示す。

実施例 2

市販L材DPバルブシートを厚さ $1\text{cm} \times 1\text{cm}$ 程度に粗砕した後、 -15°C の冷凍真空乾燥機にかけ乾燥を行ったものをビニール袋に入れ密封し、 -15°C の冷凍庫に入れ保存したものを、実施例1と同じ要領で粉砕を行った。その結果を表1に示す。

実施例 3, 4

L材DPバルブシートにおいて、水抽出率が8.8となるように濃塩濃浸水洗浄を行ったバルブを使用し、厚さ $1\text{cm} \times 1\text{cm}$ 程度に粗砕したものを 180°C で1時間熱風乾燥機にて乾燥したのち、ポリ袋にバルブを入れ密封し -10°C の冷凍庫に一昼夜放置し冷却したものを、スクリーンの細いターガミルT-400 (ターガ工業株式会社) で粉

砕し、ターガミルの粉砕機冷却温度を 5°C にして粉砕した。粉砕量は $100\text{g}/\text{時間}$ 一定量で供給し粉砕した後粒度分布を測定した。この結果を表2に示すがなお比較例として所定の温度や水分で実施したものを比較例4, 5, 6として示す。又実施例4はバルブの低抽出率の影響を見るため、5.5のバルブを使用したものである。

(以下 余 白)

(7)

(8)

表 1

		実施例1 (本発明法)	実施例2 (本発明法)	比較例1 (従来法)	比較例2	比較例3
内 容		105℃20時間 乾燥し -15°C で 冷却低湿粉砕例	凍結真空乾燥し -15°C で低湿 粉砕例	105℃20時間 乾燥の熱処理粉 砕例	通常バルブの 低湿粉砕例	通常バルブの 粉砕例
粉 砕 条 件	バルブ水分	0.5%	0.5%	0.5%	7.5%	7.5%
	冷却温度 (バルブ)	-15°C	-15°C	25°C	-15°C	25°C
	粉砕機温度	-15°C	-15°C	25°C	-15°C	25°C
乾 式 個 別 粒 度 分 布 (mesh)	0~50 mesh	6.9	7.2	34.8	60.0	53.4
	50~100 mesh	11.0	12.3	11.4	8.7	10.8
	100~200 mesh	33.7	35.8	26.8	13.9	13.7
	200~350 mesh	10.8	10.0	7.9	5.2	7.2
	350以上 mesh	38.1	35.2	17.6	12.2	14.9

表 2

		実施例 3 (本発明法)	実施例 4 (本発明法)	比較例 4 (従来法)	比較例 5	比較例 6
内 容		120℃, 1時間 熱乾燥 -10℃ 冷却 5℃ 粉砕	120℃, 1時間 熱乾燥 -10℃ 冷却 5℃ 粉砕	120℃, 1時間 乾燥 超常粉砕	通常パルプの -10℃ 冷却 5℃ 粉砕	通常パルプの 通常粉砕
粉 砕 条 件	ターボミル T-400 粉砕量	100 ^{kg} /時間	100 ^{kg} /時間	100 ^{kg} /時間	100 ^{kg} /時間	100 ^{kg} /時間
	使用パルプ 抽出 pH	8.2	5.5	8.2	8.2	8.2
	パルプ水分	0.5%	0.5%	1.5%	8.2%	8.2%
	冷却温度 (パルプ)	-10℃	-10℃	30℃	-10℃	30℃
	粉砕機温度	5℃	5℃	25℃	5℃	25℃
乾式 離別 粒度 分布 mesh (%)	0~50 mesh	0	0.2	1.2	8.4	5.1
	50~100 mesh	1.4	2.2	6.2	12.8	18.7
	100~200 mesh	11.0	18.1	34.0	38.2	37.4
	200~350 mesh	6.4	8.6	9.8	11.5	12.8
	350以上 mesh	80.8	70.0	48.8	34.6	31.0

(10)

又、実施例 3 のセルロース粉末の性質について、パルプの一般分析法による粘質、α-セルロース、銅価、白色度で比較を行った。本発明品の特徴を明確にするために液体窒素使用の凍結粉砕法、および硫酸による酸加水分解法との比較を行った。その結果を表 3 に示す。

表 3

	パルプ粘質	α-セルロース	銅 価	白色度
本発明法 (実施例 3)	8.80	85.6%	1.23	91%
液体窒素 凍結粉砕法	8.90	88.2%	1.30	93%
硫酸による 酸加水分解法	8.87	72.2%	3.61	89%

特許庁長官、株式会社 興人